

碳酸盐对平菲耳特法测定岩矿中化合水的影响

杨翼华 骆宏玉^①

南京地质矿产研究所 210016

摘要 实验验证了碳酸盐对平菲耳特法测定化合水的影响,提出用室温下水蒸汽饱和的空气排除管内CO₂以消除其干扰。

关键词 化合水 平菲耳特法 碳酸盐

平菲耳特重量法^[1]测定岩矿中化合水至今仍被广泛采用。但样品中碳酸盐有干扰,灼烧后留在管内的CO₂将产生正误差,溢出的CO₂带走一部分水将产生负误差,Peck^[2]认为CO₂小于5%时此负误差可忽略。

作者试验气相色谱法测定岩矿中H₂O⁺和CO₂时^[3],发现含碳酸盐高的标准样品H₂O⁺的结果比推荐值^[4](主要用平菲耳特法)低,而碳酸盐含量低的结果与推荐值很接近。本文考察了碳酸盐对平菲耳特法测定H₂O⁺的影响,其主要是正干扰。提出用水蒸汽饱和的空气通过保留有H₂O和CO₂的管,消除此干扰。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

室温下水蒸汽饱和空气装置见右图。

混合助熔剂: PbO:CuO:PbCrO₄:

Na₂WO₄=10:6:1:8

1.2 实验方法

称0.5000 g样品盛在干平菲耳特管中,加入1 g混合助熔剂,按文献^[5]法灼烧和拉断盛样熔球,并将保留端拉成毛细管、熔封。套在开口端的毛细管上塞上密封橡皮管。冷却后取下开口端橡皮管套,用带5 cm长塑料管的1 ml注射器在管内抽取0.5 ml气样。密封针头供气相色谱测CO₂。抽气样后立即将毛细管切断,称重。将毛细管端接在水蒸汽饱和和空气装置上,打开并调节分液漏斗活塞,使预先加入漏斗的30 ml水约30 s流完。管子第2次称重,烘干水后再称重。

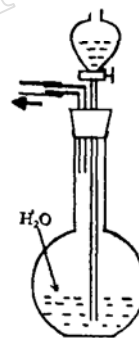


图 水蒸汽饱和
空气装置

^① 杨翼华 男,教授级高工。岩矿化学分析专业,近年研究方向:气相色谱和流动注射技术。
骆宏玉 男,助工,从事稀有稀散元素的纸色谱分析。

将注射器中的气样注入气相色谱仪,由峰高测量 CO_2 ,用 CO_2 标准气体作校正曲线。

2 结果与讨论

2.1 纯 CaCO_3 和纯 H_2O 试验

加纯 CaCO_3 和 H_2O 于平菲耳特管样品球中按实验方法试验(不加助熔剂),结果见表1。

表1说明常法测定中,在平菲耳特管(下称保留管)中留有 CO_2 ,称重前不排出此 CO_2 所得结果高。用3倍体积的水蒸汽饱和空气通过保留管,可排出 CO_2 而水不损失。

其它排除管内 CO_2 的方法有:Johnson等^[6]用玻璃棒插入管内排出 CO_2 ,Peck^[2]接一球部有水的玻璃球、放2h让管内 CO_2 扩散稀释。苏惠娴等^①用吸球吸气除去 CO_2 。

表1 纯 CaCO_3 和纯 H_2O 试验 mg

加入试剂		测得 H_2O ②		减重法测	色谱法测
CaCO_3	H_2O	CO_2 ①		CO_2	
25	0	0	1.8	3.2	
75	0	0	2.9	5.5	
24.9	23.9	23.8(26.1)	2.3	4.2	
75.4	25.5	25.4(28.4)	3.0	5.7	

① 由于空气浮力作用,排出 CO_2 后减重是 CO_2 质量与空气质量之差,故此值比气相色谱法值低很多,下表同。② 括号中数据为不排 CO_2 结果。

2.2 样品分析

选择碳酸盐含量高、低两组岩石标样试验。在碳酸盐含量低标样中加入 CaCO_3 试验。结果见表2。表2结果表明,碳酸盐含量高的样品不排除保留管 CO_2 时 H_2O^+ 的结

表2 样品分析结果

样 品	原 结 果 ①		直接吸收法		气相色谱法	加入 CaCO_3	排出 CO_2	减重	色谱法测得	本法结果	不除 CO_2
	H_2O^+	CO_2	H_2O^+	H_2O^+	H_2O^+	(mg)	(mg)	(mg)	CO_2	H_2O^+	结果 H_2O^+
GSR-3	(2.88)	(0.17)	2.88	2.97	2.84	0	0.1	0.8	2.88	2.90	
						25.3	2.3	6.0	2.82	3.32	
						75.1	3.5	7.4	2.78	3.47	
GSR-7	2.38	0.26	2.39	2.40	2.48	0	0.3	0.9	2.43	2.49	
						24.9	2.2	5.3	2.41	2.85	
						74.7	3.8	8.2	2.39	3.11	
GSR-10	1.09	0.12	1.12	1.16	1.07	0	0	0.1	1.06	1.06	
						27.0	2.3	6.0	1.01	1.47	
						76.4	3.4	8.9	1.07	1.75	
GSR-2	(1.54)	(3.46)	1.13	1.22	1.17	0	2.9	6.8	1.09	1.66	
							3.0	6.1	1.07	1.66	
							1.1	1.8	1.67	1.88	
GSR-8	1.79	1.03	1.58	1.62	1.62	0	1.4	2.5	1.64	1.92	
							2.9	7.3	1.60	2.17	
							2.9	6.6	1.67	2.25	

① 带括号者为参考值,其余为推荐值。

果高。本法结果与直接吸收重量法^[6]及气相色谱法结果很接近。

3 参考文献

- 1 Penfield S L. On Some Methods for the De-

termination of Water. *Am J Sci* (3rd Ser). 1894. 48:30.

- ① 苏惠娴,黄新华,江慧琼.矿物原料分析试验报告.第3集,冶金工业部地质研究所,1981,7~15页。

- 2 Peck L C. Systematic Analysis of Silicates. U S Geol Surv Bull. 1170. p 19.
 - 3 杨翼华, 朱永昌. 气相色谱法测定岩矿中 H_2O^+ 和 CO_2 . 南京地质矿产研究所刊. 1986, 7(3): 71~79.
 - 4 地球化学标准参考样研究组. 地球化学标准参考样的研制与分析方法 (第 2 号). 1987, 61~93 页.
 - 5 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析 (第 1 分册). 第 3 版, 北京: 地质出版社, 1991, 51~56.
 - 6 Johnson W M and Maxwell J A. Rock and Mineral Analysis. 2nd ed, John Wiley & Sons N Y, 1981, pp 130~133.
- 〈收稿日期: 1991-10-29, 修回日期: 1992-04-21〉

Interference from Carbonates to the Determination of Combined Water by Penfield Method

Yang Yihua and Luo Hongyu

(Nanjing Institute of Geology and Mineral Resources, Nanjing, 210016)

In the analysis of samples containing carbonates, some of the carbon dioxide liberated during the heating remains in the Penfield tube and interferes with determination. The error can be eliminated by passing a flow of air saturated with water vapour through the tube to displace the carbon dioxide.

Key words: Penfield method, water determination, carbonate interference